



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND

**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 198 56 784 A 1**

21 Aktenzeichen: 198 56 784.7
22 Anmeldetag: 1. 12. 1998
43 Offenlegungstag: 15. 6. 2000

⑤ Int. Cl. 7:
G 01 N 30/62
G 01 N 30/02
// G01N 30/64,30/72
30/74

71 Anmelder:

Institut für Umwelttechnologien GmbH, 12489 Berlin, DE; Leonhardt, Jürgen, Prof., 10179 Berlin, DE

⑦2 Erfinder:

Leonhardt, Jürgen, Prof., 10179 Berlin, DE; Bensch, Holger, Dr., 10318 Berlin, DE

55 Entgegenhaltungen:

DE 3 876200T2

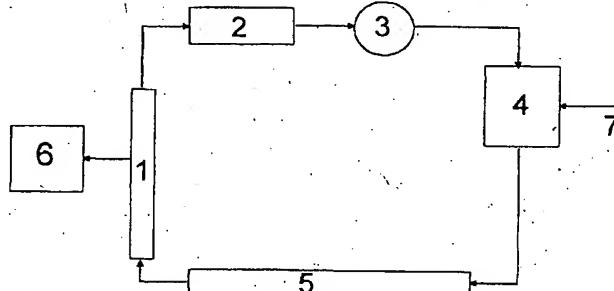
Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Gasanalysator mit internem Gaskreislauf

57) Die Erfindung betrifft einen Gasanalysator mit internem Gaskreislauf, der in der Spurerigasanalyse angewendet werden kann.

Dabei sind in einem Gaskreislauf eines konzentrationsabhängigen Gasdetektors (1), z. B. eines Photoionisationsdetektors, zusätzlich ein Kreislauffilter für Wasserdampf und höhermolekulare Gasinhaltsstoffe (2), eine Kreislaufpumpe (3), eine Dosieranordnung (4) für den Analysengaseinlaß und eine gaschromatographische Trennsäule (5) zu einem geschlossenen Kreislaufsystem angeordnet. Vorteilhaft ist insbesondere der völlige Verzicht auf eine zusätzliche Trägergasbereitstellung bei hoher Auflösung und Empfindlichkeit sowie die wegen des nicht spektrengebenden Detektors einfache Auswerteelektronik.



DE 19856784 A1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft einen Gasanalysator mit internem Gaskreislauf, der in der Spurengasanalyse angewendet werden kann.

Zur Spurengasanalyse wird üblicherweise die Gaschromatographie (GC) eingesetzt. Dabei wird das zu analysierende Gasgemisch mit einem extern bereitgestellten Trägergas (z. B. He, synth. Luft etc.) gemischt und in einer Trennsäule (gepackte Säule, Kapillarsäule, Kapillarsäulenbündel) entsprechend des unterschiedlichen Trennverhaltens der Gasmoleküle getrennt und die entsprechend ihren unterschiedlichen Retentionszeiten nacheinander die Chromatographiesäule passierenden Einzelkomponenten mittels eines geeigneten Detektors nachgewiesen. Nachteilig ist hierbei, daß eine aufwendige Gasversorgung und -bereitstellung erforderlich ist, die die Einsatzmöglichkeiten der Gaschromatographie für transportable Geräte stark einschränkt. Hinherlich ist die große Masse von Druckgasflaschen bzw. Ventilen.

Gleichfalls bekannt ist, Spurengasanalyse mittels Ionenmobilitätspektrometrie (IMS) durchzuführen. Hierbei wird zusätzlich zum Analysengas üblicherweise ein Driftgas benötigt. Das Analysengas wird in einer Ionisationsanordnung ionisiert, die Ionen in einem elektrischen Feld beschleunigt, wobei sich die unterschiedlichen Molekülionen entsprechend ihren unterschiedlichen Ionenbeweglichkeiten separieren. Ein Ionenkollektor am Ende der Driftstrecke weist die zeitversetzt einlaufenden Peaks der verschiedenen Molekülionen nach. Das Driftgas strömt den driftenden Ionen entgegen und verhindert die Diffusion von Analysengas in den Driftraum. Um das Driftgas nicht von außen nachführen zu müssen, wird es in einem IMS nach DE-PS 195 02 674 zusammen mit dem Analysengas in einem Filter gereinigt, durch den es in einem internen Gaskreislauf gepumpt wird.

Die Ionenmobilitätspektrometrie ist ein spektrumgebendes Meßverfahren. Nachteilig an dieser Technik ist insbesondere der hohe technische Aufwand, der für die Steuerung und Auswertung der substanzspezifischen IMS-Signale benötigen muß.

Darüber hinaus sind Photoionisationsdetektoren (PID) zur Spurengasanalyse bekannt. Hierbei ionisiert eine UV-Quelle die in einem Trägergasstrom befindlichen Moleküle der nachzuweisenden Substanzen. Der Ionisationsstrom wird gemessen und stellt ein Maß für die Konzentration der Spurenmoleküle dar. Die Steuerung der Meßzelle und die Auswertung der Signalgrößen ist bei dieser Technik aufgrund der nur summarischen Signalgabe relativ einfach, wobei jedoch keine Möglichkeit der qualitativen Bestimmung der Gasinhaltsstoffe besteht.

Nachteilig ist hierbei außerdem, daß um Matrixeffekte zu unterdrücken, wegen der fehlenden Selektivität dieser Meßmethode, die Gasprobe regelmäßig in ein definiertes Trägergas eingegeben werden muß. Dieses erfordert, wie bei den bereits erwähnten Verfahren eine aufwendige Trägergasbereitstellung.

Es stand daher die Aufgabe, eine Meßanordnung anzugeben, die ohne zusätzliche Gasversorgung nur unter Inanspruchnahme eines entsprechenden Volumens der mit den nachzuweisenden Substanzen beladenen Luft eine schnelle und empfindliche quantitative und qualitative Spurengasanalyse ermöglicht.

Dazu wurde ein spezieller Kreislauffilter so in dem internen Kreislauf eines konzentrationsabhängigen Detektors angeordnet, daß das im geschlossenen Kreislauf befindliche Trägergas definiert regeneriert wird und auf eine zusätzliche Trägergasversorgung verzichtet werden kann.

Dazu ist der Detektor mit einem Kreislauffilter und einer

sich anschließenden Kreislaufpumpe verbunden.

Der Detektor kann dabei ein konzentrationsabhängiger Detektor, z. B. ein Photoionisationsdetektor (PID) oder ein Elektroneneinfangdetektor (ECD) sein. Als konzentrationsabhängige Detektoren sind aber auch Wärmeleitdetektoren (WLD), Ionisationsquerschnittsdetektoren (CSD), Edelgasdetektoren (NGD) oder Infrarotabsorptionsdetektoren einsetzbar, die sich alle dadurch auszeichnen, daß die Signalauswertung relativ wenig technischen Aufwand erfordert.

Das durch den Filter von Wasser und höhermolekularen Inhaltsstoffen gereinigte interne Trägergas gelangt in eine Dosieranordnung.

Die Dosieranordnung kann dabei nach verschiedenen Prinzipien realisiert werden:

So kann die definierte Zugabe des Probengases mittels einer Dosierpumpe oder einer Gasschleife, aber auch mittels einer Kombination von gesteuerten Ventilen oder durch eine Permeationsmembran erfolgen.

Nachdem das zu analysierende Probengas dem Trägergas zugeführt wurde, wird das Gasgemisch auf eine Trennsäule geleitet, wo es entsprechend den unterschiedlichen Retentionszeiten der Gasinhaltsstoffe getrennt wird. Die einzelnen Fraktionen werden nun nacheinander zum Eingang des Detektors geleitet.

Hier erfolgt die Ionisation und die Detektion der ionisierenden Spurengasmoleküle. Eine Identifizierung und damit qualitative Analyse ergibt sich aus den unterschiedlichen Eingangszeiten der einzelnen Fraktionen im Detektor, wobei die Matrix aus dem Trägergas wegen der nach jedem Kreislauf erfolgenden Regeneration stets identisch ist, was zu definierten Ionisationsverhältnissen und damit zu aussagefähigen Meßergebnissen führt.

Der so geschlossene interne Kreislauf weist den wesentlichen Vorteil auf, daß das System im Betrieb außer der Zufuhr der Probe keine Trägergasbereitstellung von außen benötigt.

Von Bedeutung ist, daß das ständig im Kreislauf zirkulierende interne Trägergas Luft sein kann. Für konkrete Analysefälle können andere interne Trägergase Anwendung finden: z. B. He, Ar, N₂ etc., die dann entsprechend im Kreislauf Detektor – Kreislauffilter – Dosieranordnung – Trennsäule zirkulieren würden.

Nachfolgend soll die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden.

Die Fig. 1 zeigt die erfundungsgemäße Vorrichtung.

Gemäß Fig. 1 ist an einen Photoionisationsdetektor 1 eine Auswertelektronik 6 angeschlossen. Der gasflußmäßige Ausgang des Detektors 1 ist mit einem Kreislauffilter 2 verbunden. Hier werden aus dem Gasfluß sämtliche Spuren von höhermolekularen Inhaltsstoffen und auch Wasser entfernt. Das gereinigte Gas, das hier als Trägergas fungiert, gelangt in eine Kreislaufpumpe 3, die den internen Gaskreislauf bewirkt.

An die Kreislaufpumpe 3 schließt sich eine Dosiervorrichtung 4 an, in der dem Trägergas das zu analysierende Probengasmisch 7 zugeführt wird.

Trägergas und Probengas gelangen anschließend auf eine gaschromatographische Trennsäule 5, wo die Komponenten der Probe getrennt werden und nacheinander auf den Eingang des Detektors 1 geleitet werden, wo sie entsprechend ihrer Eintreffzeiten identifiziert und mittels der Auswertelektronik 6 quantifiziert werden.

Der somit geschlossenen Gaskreislauf erfordert außer der Zuführung des Probengases keine weitere Gasversorgung.

Patentansprüche

1. Gasanalysator mit internem Gaskreislauf, dadurch

gekennzeichnet, daß ein Gasfluß eines internen Trägergases, das aus Luft oder einem inerten Gas/Gasgemisch besteht, in Form eines Gaskreislaufes stattfindet, wobei der Ausgang eines konzentrationsabhängigen Detektors (1) mit einem Kreislauffilter (2) und dieser mit einer oder mehreren Kreislaufpumpen (3) verbunden ist, daran eine Gasdosiereinrichtung (4) zur Zuführung des Probengases (7) angeschlossen ist, die mit einer gaschromatographischen Trennsäule (5) verbunden ist, die den Kreislauf zum Eingang des Detektors (1) mit seiner Auswerteelektronik (6) schließt.

2. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Detektor (1) ein Photoionisationsdetektor ist.

3. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Detektor (1) ein Elektromeneinfangdetektor ist.

4. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Detektor (1) ein Wärmeleitdetektor ist.

5. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Detektor (1) ein Ionisationsquerschnittsdetektor ist.

6. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Detektor (1) ein Edelgasdetektor ist.

7. Gasanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Detektor (1) ein Infrarotsorptionsdetektor ist.

8. Gasanalysator nach Anspruch 1-7, dadurch gekennzeichnet, daß die Probegabe in der Gasdosiereinrichtung (4) mittels einer Dosierpumpe erfolgt.

9. Gasanalysator nach Anspruch 1-7, dadurch gekennzeichnet, daß die Probegabe in der Gasdosiereinrichtung (4) mittels einer Gasschleife erfolgt.

10. Gasanalysator nach Anspruch 1-7, dadurch gekennzeichnet, daß die Probegabe in der Gasdosiereinrichtung (4) mittels einer Kombination von gesteuerten Ventilen erfolgt.

11. Gasanalysator nach Anspruch 1-7, dadurch gekennzeichnet, daß die Probegabe in der Gasdosiereinrichtung (4) mittels einer Permeationsmembran erfolgt.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

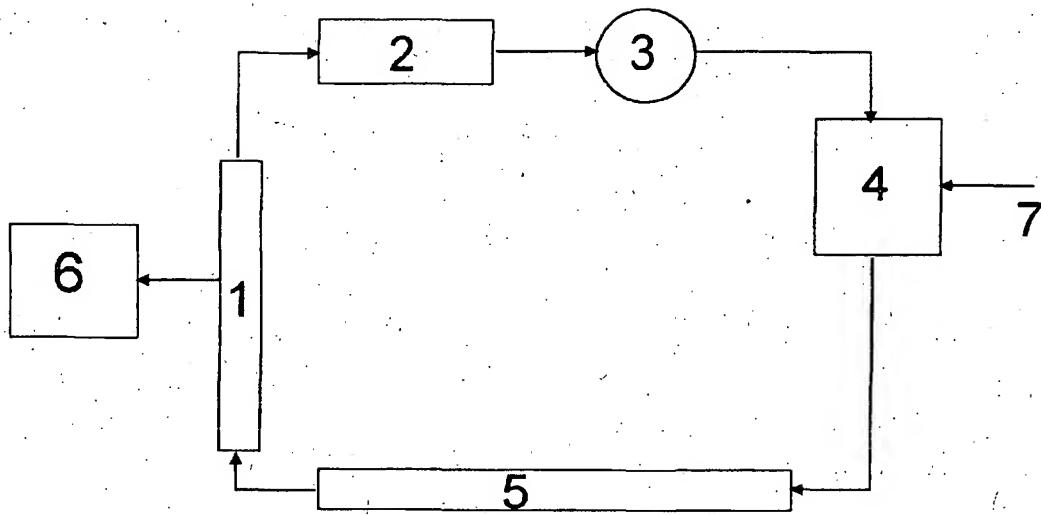


Fig. 1